

① 日本国特許庁

## 公開特許公報



優先権 主張の 出願	西暦 年 月 日	年 月 日	日 月 日	件 件 件
------------------	-------------------	-------------	-------------	-------------

特 許 願 ( )

特許法第38条ただし書の規定による特許願

特許庁長官 昭和 47. 2. 28 日

1. 発明の名称 エーテルオキサイドフェノールの官能を有する第4アンモニウムのハロゲン化物の製造方法  
特許請求の範囲に記載された発明の数 4

2. 発明者

住 所

氏 名 ジャン ラビアント

(ほか 3 名)

3. 特許出願人

住 所 (居所) フランス国 92 クールベガール ユ  
アンリ ルノー 32

氏 名 (名称) デラランド ソシエテ アノニム

代表者

エリザベト ラフォルグ

方 式 査 査

国 籍

フランス国

(ほか 3 名)

4. 代理人

住 所 東京都千代田区九の内3丁目3番1号 電話 (代) 211-8741

氏 名 (1466) 弁護士 中 松 潤 之 助

(ほか 3 名)

## 明 細 書

1. 発明の名称 エーテルオキサイドフェノールの官能を有する第4アンモニウムのハロゲン化物の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. 少なくとも10個の炭素原子を有する長鎖脂肪族のハロゲン化物とフェノキシ基を有するジメチルアミノエタンを縮合することによつてフェノールエーテルオキサイドの官能を有する第4アンモニウムのハロゲン化物を合成する方法に於いて、フェノキシ基を有するジメチルアミノエタンは化学量論的割合でアルカリ性フェノレートとn-クロロジメチルアミノエタンとを反応させることによつて生成し、上記縮合反応を無水脂肪族ケトン存在下で無水媒質中で化学量論的割合で行い、更に結晶化する第4アンモニウムのハロゲン化物の分離を無水イソプロピルエーテルを使用することによつて行うことを特徴とする上記合成方法。
2. 長鎖脂肪族のハロゲン化物がブロム化ラウロ

①特開昭 48-88218

④公開日 昭48.(1973) 1119

②特願昭 47-19291

②出願日 昭47.(1972) 2. 24

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号

⑤日本分類

7375 44  
6224 44  
6349 4330 C2  
30 B1  
16 C31

BEST AVAILABLE COPY

イルであることを特徴とする第1項記載の方法。

3. フェノキシ基を有するジメチルアミノエタンが、n-(5-メチル-2-イソプロピルフェノキシ)-2-ジメチルアミノエタンであることを特徴とする第1項記載の方法。

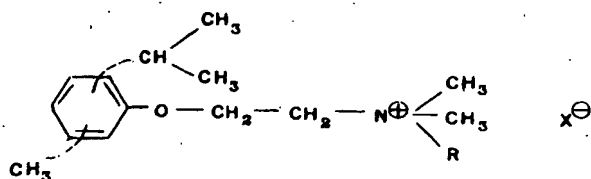
4. ブロム化ラウロイルとn-(5-メチル-2-イソプロピルフェノキシ)-2-ジメチルアミノエタンとの縮合反応をメチルエチルケトン、メチルプロピルケトン及びメチルブチルケトンよりなる群より選ばれた無水脂肪族ケトン存在下で行うことを特徴とする第1項及び第2項記載の方法。

## 3. 発明の詳細な説明

長鎖脂肪族のハロゲン化物とジメチル-(3-メチル-6-イソプロピル-n-フェノキシ)-エーテルアミンとを、或いは長鎖脂肪族アミンと(3-メチル-6-イソプロピル-n-フェノキシ)-2-ハロゲンエタンとを縮合することによつて得られるフェノールエーテルオキサイドの官能を有する第4アンモニウムのハロゲン化物は、

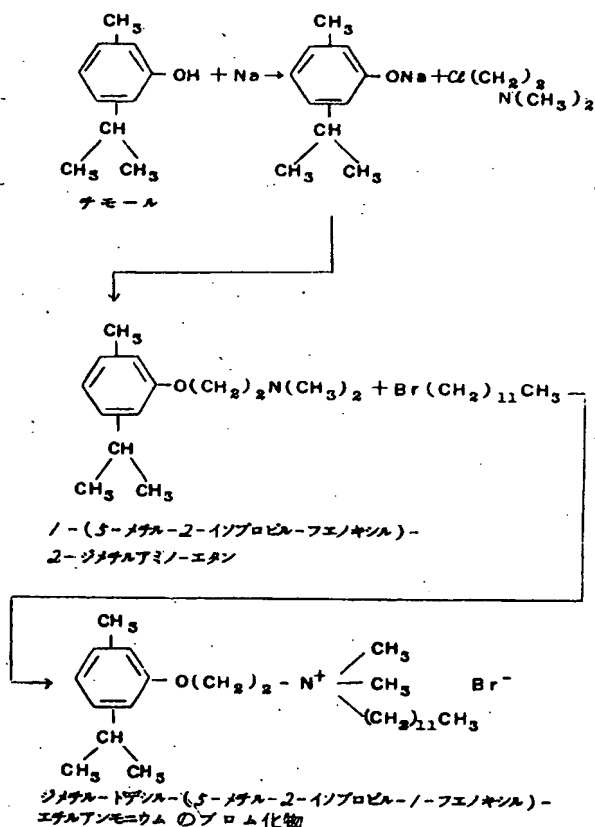
フェニルアセテート、フェニルプロポニート及びプロモプロポニートの如き有機酸の塩類に容易に転化することができ、それらの塩の酵菌作用はよく知られている。

本発明は、次式



(式中Xはハロゲン、好しくは臭素原子であり、Rは少なくとも10個の炭素原子を有する長鎖脂肪族基である)のフェノールエーテルオキサイドを有する第Ⅳアンモニウムハロゲン化物の新規な合成方法を目的とする。

本発明に従つて、フェノキシ基を有するジメチルアミノエタンと少なくとも10個の炭素原子を有する長鎖脂肪族のハロゲン化物との縮合は、フェノキシ基を有するジメチルアミノエタンは



化学量論的割合でアルカリ性フェノレートをn-クロロジメチル-アミノエタンに反応させることによつて生成し、上記縮合反応を化学量論的割合にて無水媒質中で無水脂肪族ケトンの存在下で行い、更に結晶化した縮合生成物の分離を無水イソプロピルエーテルを用いて行うことを特徴とする。

反応を図式で説明すると次の通りである。

本発明を次の実施例により更に詳細に説明する。

**実施例1:** 1-(5-メチル-2-イソプロピル-フェノキシ)-2-ジメチルアミノエタンの生成

プロベラ攪拌器、還流凝縮器及び過流用3.6ℓのトルエンを有する導入アンプルを備えた10ℓの反応器中に激しく攪拌しながら138gの糸状のナトリウムを導入する。加熱を止めて、1.2ℓのトルエン中に90g(6モル)のチモール溶液を加える。添加中はずつと温度を110℃に保つ。次いで1時間還流を行い、相当量のチモールによつて残留ナトリウムの痕跡を全て消去させる。次いで600ccトルエン中のジメチルアミノクロルエタン溶液を上記110℃に保たれた溶液中に1時間かけて加える。NaClの沈殿が急速に見られる。還流3時間後冷却し、20ℓの傾流器に混合物を移す。塩酸で中和する。デカンテーション後、酸の水性相を2ℓのイソプロピルエーテルで洗う。次に水溶液をソーダで中和し、エーテルで抽出する。減圧下で有機相の濃縮後に、

0. / 気圧で / / 8℃の沸点を有する純粋な生成物を / , 200 kg 即ち収率 90% を得た。

**実施例 2 :** ジメチル - ドデシル - (5 - メチル - 2 - イソプロピル - / - フェノキシム) - エチルアンモニウムの臭化物の生成

攪拌釜、塩化カルシウムのガード (garde) 付き逆流殺菌器及び温度計を備えた / 0 l の反応器中で / . 3 / kg (5 . 25 モル) のブロム化ラウロイルと実施例 / で得た生成物 / . / 6 kg (5 . 25 モル) とを混合し、2 時間 30 分 / 00℃に加熱した。煤質が濃くなると、モレキュラー・シーブで乾燥した無水メチルエチルケトン / . 25 l を導入することによつて、混合物は再び取扱いやすくなる。80℃に冷却し、次いで 5 l のイソプロピルエーテルを加える。更に冷却すると生成物が結晶化する。第 4 アンモニウムの塩は通常は非乾燥イソプロピルエーテル中で可溶であるのでモレキュラー・シーブで乾燥したイソプロピルエーテル 5 . 5 l を導入して第 4 アンモニウムの塩を沈殿させる。

遠心脱水し、3 l の乾燥イソプロピルエーテルで洗浄後に粗生成物 2 . 2 kg 即ち収率 89% を得る。

無水アセトン中に加熱溶解することによつて再結晶させ、無水イソプロピルエーテルによつて沈殿させる。かくして、融点 / 46℃の純粋な生成物 / , 750 kg 即ち 75% の収率を得る。

BEST AVAILABLE COPY

5. 添附書類の目録
- |                |       |
|----------------|-------|
| (1) 明 細 書      | 1 通   |
| (2) 委任状        | 1 通   |
| (3) 委任状及訳文     | 各 1 通 |
| (4) 法人登記簿謄本    | 1 冊   |
| (5) 出願書        | 1 冊   |
| (6) 法人国籍証明書及訳文 | 各 1 通 |

6. 前記以外の発明者、特許出願人および代理人

(1) 発 明 者

住 所

氏 名

な し

(2) 特許出願人

住 所 (居所)

氏 名 (名称)

な し

代表者

国 籍

(3) 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内 3 丁目 3 番 1 号 電話 (代) 211-8741

氏 名 (2977) 弁護士 伊 藤 堅 太 郎

同 (6000) 弁護士 熊 倉 敏 夫

同 (6254) 弁護士 山 本 茂 樹

手 続 補 正 書 (方式)

昭和 47 年 7 月 11 日

特許庁長官殿

- 事件の表示  
昭和 47 年 特 願 第 19291 号
- 名 称 エーテルオキサイドフェノールの官能を有する第 4 アンモニウムのヘロゲン化物の製造方法
- 補正をする者  
事件との関係 出 願 人  
氏 名 (名称) デラランド ソシエテ アノニム
- 代 理 人  
住 所 東京都千代田区丸の内 3 丁目 3 番 1 号 (電話代表 211-8741 号)  
氏 名 (1466) 弁護士 中 松 潤 之 助  
外 3 名
- 補正命令の日付 昭和 47 年 6 月 27 日
- 補正の対象 願 書 1 表 1 段
- 補正の内容 別 紙 の 通 り



収入  
印紙  
(金 2,000 円)

優先権  
主張の  
出願

西暦 年 月 日 出願 件  
西暦 年 月 日 出願 件

特 許 願 ( )

特許法第38条ただし書  
の規定による特許出願

特許庁長官 殿

昭和 47 年 2 月 24 日

1. 発明の名称 カンノウ ニウ  
エーナルオキサイドフェノールの官能を有す  
ダイ カブツ、セイゾウホウホウ  
る第4アンモニウムのヘロゲン化合物の製造方法  
特許請求の範囲に記載された発明の教 4

2. 発明者

住 所 フランス国、タム、クールベボワ、リュ  
アンリ、ルノー、32

氏 名 ジャン、ラビアント

(注記) (略)

3. 特許出願人

住 所 (居所) フランス国、タム、クールベボワ、リュ  
アンリ、ルノー、32

氏 名 (名称) デラランド、ソシエテ、アノニム

代表者 エリザベト、ラフォルダユ

国 籍 フランス国

(注記) (略)

4. 代理人 住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号 電話 (代) 211-8741

氏 名 (1466) 弁理士 中松 潤之助

(ほか 3 名)

5. 添付書類の目録

(1) 明 細 書 1 通  
(2) 請求書 1 通  
(3) 委任状及訳文 各 1 通  
(4) 特許法第38条ただし書 1 通  
(5) 法人国籍証明書及訳文 各 1 通  
(6) 通

6. 前記以外の発明者、特許出願人および代理人

(1) 発 明 者

住 所

な し

氏 名

(2) 特許出願人

住 所 (居所)

氏 名 (名称)

代表者 な し

国 籍

(3) 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号 電話 (代) 211-8741

氏 名 (2977) 弁理士 伊 藤 堅 太 郎

同 (6000) 弁理士 熊 倉 巖

同 (6254) 弁理士 山 本 茂

DECI AVAILABLE COPY